



(1) Japanese Patent Application Laid-Open No. 10-123118 (1998)

“Ultrapure Water Producing Apparatus”

The following are the extracts relevant to the present invention:

5

This invention relates to an ultrapure water producing apparatus, and more particularly, to an ultrapure water producing apparatus comprising an ultraviolet (UV) oxidation unit and an ion exchanger, which provides for increased efficiency in decomposition and/or removal of TOC by controlling an amount of UV irradiation from the UV oxidation unit.

10

The ultrapure water producing apparatus of this invention, which comprises the UV oxidation unit at one stage and the ion exchanger at a stage subsequent to the one stage, performs:

15

i) measurement of an amount of DO contained in water provided in an outlet of the ion exchanger;

ii) measurement of an amount of DO contained in water provided in an inlet of the UV oxidation unit and an amount of DO contained in water provided in an outlet of the ion exchanger; or

20

iii) measurement of concentration of TOC contained in water provided in an inlet of the UV oxidation unit.

Based on results of the measurement(s) as performed, the ultrapure water producing apparatus of this invention controls the amount of UV irradiation from the UV oxidation unit.

25

As a result of the foregoing structure, the amount of UV irradiation is reduced so that an amount of TOC decomposed is reduced, referring to a graph of

Fig. 4, from a solid line to a dotted line, thereby preventing generation of DO which occurs due to excessive UV irradiation.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-123118

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月15日

(51) IntCl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

G 0 1 N 33/18

G 0 1 N 33/18

B

D

C 0 2 F 1/32

C 0 2 F 1/32

1/42

1/42

A

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平8-279434

(22) 出願日

平成8年(1996)10月22日

(71) 出願人 000001063

栗田工業株式会社

東京都新宿区西新宿3丁目4番7号

(72) 発明者 岸根 義尚

東京都新宿区西新宿3丁目4番7号 栗田

工業株式会社内

(72) 発明者 佐藤 伸

東京都新宿区西新宿3丁目4番7号 栗田

工業株式会社内

(72) 発明者 老沼 正芳

東京都新宿区西新宿3丁目4番7号 栗田

工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 重野 剛

最終頁に続く

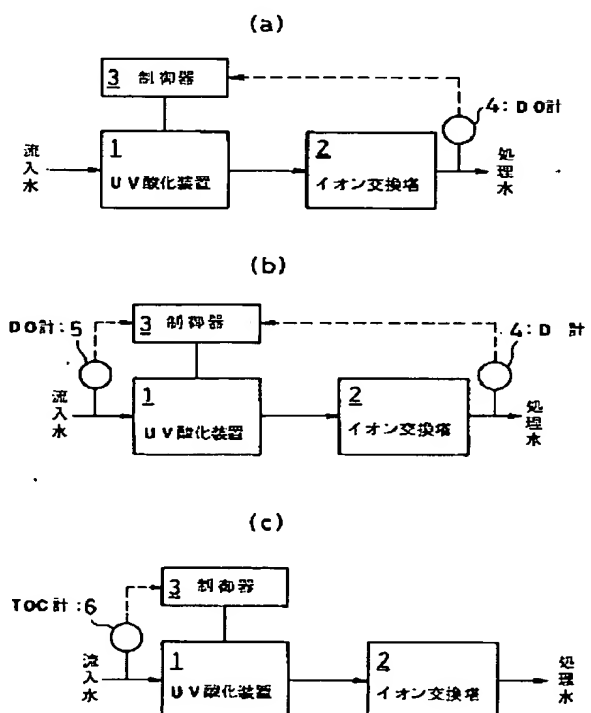
(54) 【発明の名称】 超純水製造装置

(57) 【要約】

【課題】 UV酸化装置とイオン交換塔とを備える超純水製造装置において、流入水のTOC濃度に対して、UVを過不足なく照射して、TOCを確実に酸化分解除去すると共に、DOの増加を防止し、低TOC、低DOの超純水を安定に製造する。

【解決手段】 イオン交換塔2の出口水のDO量；UV酸化装置1の入口水のDO量及びイオン交換塔2の出口水のDO量；或いはUV酸化装置1の入口水のTOC濃度を測定し、この測定値に基づいてUV酸化装置1のUV照射量を制御する。

【効果】 過剰のUVを照射することによるDOの増加を防止して、低TOC、低DOの超純水を安定に製造することが可能となる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 紫外線酸化装置とその後段のイオン交換塔とを備えてなる超純水製造装置において、該イオン交換塔の出口水の溶存酸素量を測定し、この測定結果に基づいて該紫外線酸化装置の紫外線照射量を制御することを特徴とする超純水製造装置。

【請求項 2】 紫外線酸化装置とその後段のイオン交換塔とを備えてなる超純水製造装置において、該紫外線酸化装置の入口水の溶存酸素量と該イオン交換塔の出口水の溶存酸素量を測定し、これらの測定結果に基づいて該紫外線酸化装置の紫外線照射量を制御することを特徴とする超純水製造装置。

【請求項 3】 紫外線酸化装置とその後段のイオン交換塔とを備えてなる超純水製造装置において、該紫外線酸化装置の入口水の TOC 濃度を測定し、この測定結果に基づいて該紫外線酸化装置の紫外線照射量を制御することを特徴とする超純水製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は超純水製造装置に係り、特に、紫外線 (UV) 酸化装置とイオン交換塔とを備える超純水製造装置において、UV 酸化装置の UV 照射量の制御を行うことで TOC の分解除去を効率的に行えるようにした超純水製造装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 河川水、工業用水、水道水などの原水から、半導体製造工程等で使用される超純水を製造する場合の一般的な製造システムは、前処理工程、一次純水製造工程及び二次純水製造工程 (サブシステム) からなる。

【0003】 UV 酸化装置は、水中の有機物を酸化分解するために、このような超純水製造システムにおける一次純水製造工程、二次純水製造工程に適用されている。また、イオン交換塔は、アニオン交換樹脂及び／又はカチオン交換樹脂が充填されたもので、水中のイオン性物質を除去するために、一次純水製造工程及び二次純水製造工程の UV 酸化装置の後段に設置されている。

【0004】 従来の超純水製造システムでは、UV 酸化装置の流入水 (入口水) の TOC 濃度の最大含有量を設定し、この設定した TOC 含有量 (以下「最大 TOC 設定濃度」と称す。) の酸化分解除去に必要な量の OH ラジカルを発生させる UV 照射量を固定値として発生する UV 酸化装置が設置されている。即ち、従来では、流入水の TOC 濃度の変動に関らず、常に最大 TOC 設定濃度の TOC を酸化分解除去し得る UV を照射することで、UV 酸化後の TOC の残留を防止している。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 従来の超純水製造システムでは、UV 酸化後の TOC の残留を防止するために、UV 酸化装置の UV 照射量が最大 TOC 設定濃度に

対応した、高い値に固定されているが、このような UV 酸化装置では、最大 TOC 設定濃度より低 TOC 濃度の水が流入した場合、必要以上の UV が照射されることとなり、UV コストが高くつく上に、次のような問題があることが本発明者らの検討により見出された。

【0006】 即ち、UV 酸化装置の流入水中の TOC 濃度が最大 TOC 設定濃度より低い場合、TOC の UV 酸化分解に使われなかった余剰の OH ラジカルが DO (溶存酸素) 成分となって処理水中に残留する。これは、余剰の OH ラジカルから過酸化水素が生成し、これが UV 酸化装置の後段のイオン交換塔のイオン交換樹脂、特にアニオン交換樹脂と接触すると、酸素を生成するためであると推定される。

【0007】 このため、TOC 濃度が最大 TOC 設定濃度よりも低い水を UV 酸化装置及びイオン交換塔で処理した場合、イオン交換塔の流出水の DO は UV 酸化装置流入水の DO よりも高いものとなる。従って、このような場合には、最終処理水の超純水の DO も高くなる。

【0008】 例えば、TOC 2 ppb、DO 2 ppb を含む純水に、この純水 1 m<sup>3</sup> 当り 0.3 kW の UV を照射して混床式イオン交換塔に通水した場合、イオン交換塔の流出水 (出口水) の DO は 5 ppb に増加する。

【0009】 超純水中に DO が存在すると、これを半導体製造工程のウェハ洗浄水として用いた場合、シリコンウェハ表面に酸化膜を生じさせるなどの弊害が起きる。

【0010】 本発明は上記従来の問題点を解決し、流入水の TOC 濃度に対して、UV を過不足なく照射して、TOC を確実に酸化分解除去すると共に、DO の増加を防止し、低 TOC、低 DO の超純水を安定に製造することができる超純水製造装置を提供することを目的とする。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明の超純水製造装置は、UV 酸化装置とその後段のイオン交換塔とを備えてなる超純水製造装置において、

① イオン交換塔の出口水の DO 量の測定

② UV 酸化装置の入口水の DO 量及びイオン交換塔の出口水の DO 量の測定或いは

③ UV 酸化装置の入口水の TOC 濃度の測定

を行って、この測定結果に基づいて UV 酸化装置の UV 照射量を制御することを特徴とする。

【0012】 UV 酸化装置における UV 照射量が一定の場合、UV 酸化装置入口水の TOC 濃度が下がると図 4 に示す如く TOC 分解量も減少する。しかし、TOC 分解量 (図 4 中の実線) の減少量は TOC の存在量 (図 4 中の点線) の減少率より低い。前述の如く、従来の UV 酸化装置では、予め設定した UV 酸化装置入口水の最大 TOC 設定濃度を分解できるように UV 照射量を設定しているので、実際の UV 酸化装置入口水の TOC 濃度が最大 TOC 設定濃度より少なくなると TOC 存在量に対

してUV照射量は過剰になる（図中斜線の部分）。この過剰な分だけ過酸化水素が発生し、DO成分が増加する。

【0013】本発明では、このような場合において、UV照射量を減らしてTOC分解量が図4の実線位置から点線位置まで下がるように制御することで、UVの過剰照射によるDOの発生を防止する。

【0014】一般に、UV酸化装置において入口水のTOC濃度が一定の場合、UV照射量とTOC除去量との間には図2に示す関係がある。この関係は、下記関係式 10

$$【0015】Y = aX + b$$

Y：単位消費電力量当たりTOC除去量（mg-TOC/kW）

X：TOC濃度（ppm）

a, b：定数

即ち、UV酸化装置入口水のTOC濃度によって単位消費電力量当たりのTOC除去量が計算でき、これに基づいて、TOCの除去に必要なUV照射量（UV酸化装置への電力量ないし点灯するUVランプ数）を求めることが 20

【0016】従って、UV酸化装置入口水のTOC量の測定値の増減に基づいてUV酸化装置のUV照射量を制御することで適正なUV照射を行える。

【0017】また、UV酸化装置入口水のTOC濃度一定の場合、UV照射量とイオン交換塔出口水のDO量との関係は図3に示す通りである。即ち、UV酸化装置のUV照射量がUV酸化装置入口水のTOC濃度に対して適正量である場合、或いは、UV照射量がUV酸化装置入口水のTOC濃度に対して不足している場合には、UV酸化装置入口水のDO量とイオン交換塔出口水のDO量とはほぼ同じ値を示し、DO量の増加は殆どない。UV酸化装置のUV照射量がUV酸化装置入口水のTOC濃度に対して過剰量である場合には、前述の如く、UV酸化装置入口水のDO量に対してイオン交換塔出口水のDO量の増加が起こる。

【0018】従って、イオン交換塔出口水のDO量の測定値が増加傾向に移行するときは、UV酸化装置におけるUV照射量が過剰であるから、この増加傾向への移行点（図3の最適制御点）となるようにUV酸化装置のUV照射量を制御することで適正なUV照射を行える。 40

【0019】同様に、UV酸化装置入口水のDO量の測定値に対してイオン交換塔出口水のDO量の測定値が大きい場合には、UV酸化装置におけるUV照射量が過剰であるから、イオン交換塔出口水のDO量の測定値-UV酸化装置入口水のDO量の測定値=0から、この差が正の値に移行する点となるようにUV酸化装置のUV照射量を制御することで適正なUV照射を行える。

【0020】なお、UV照射量の制御は、測定値に連動して連続的に増減するものであっても良く、段階的に変 50

化させるものであっても良い。また、段階的に変化させる場合、2段階に限らず、3段階以上にUV照射量を制御しても良い。

【0021】また、本発明において、UV照射量の制御はUV酸化装置入口水のTOC濃度とイオン交換塔出口水のDO量との両測定値に基づいて制御しても良い。

【0022】

【発明の実施の形態】以下に図面を参照して本発明の実施の形態を詳細に説明する。

【0023】図1（a）は請求項1の超純水製造装置の実施の形態を示す系統図であり、UV酸化装置1にUV照射量の制御器3を設け、UV酸化装置1の後段のイオン交換塔2の出口水のDO量をDO計4で測定し、この測定値に基づいてUV酸化装置1のUV照射量を制御するようにしたものである。

【0024】図1（b）は請求項2の超純水製造装置の実施の形態を示す系統図であり、UV酸化装置1にUV照射量の制御器3を設け、UV酸化装置1の入口水のDO量をDO計5で測定すると共に、後段のイオン交換塔2の出口水のDO量をDO計4で測定し、これらの測定値に基づいてUV酸化装置1のUV照射量を制御するようにしたものである。

【0025】図1（c）は請求項3の超純水製造装置の実施の形態を示す系統図であり、UV酸化装置1にUV照射量の制御器3を設け、UV酸化装置1の入口水のTOC濃度をTOC計6で測定し、この測定値に基づいてUV酸化装置1のUV照射量を制御するようにしたものである。

【0026】図1（a）～（c）において、制御器3では、入力されたDO量の測定値又はTOC濃度の測定値に基づいて適正なUV照射量を演算し、この演算結果に基づいてUV酸化装置1のUV照射量を制御する。

【0027】即ち、例えば、図1（a）では、DO計4から入力されたイオン交換塔2の出口水のDO量の測定値に基づき、この測定値が増加傾向となるまでUV照射量を増やし、この測定値が増加に転じる直前（図4の最適制御点）のUV照射となるようにUV酸化装置1のUV照射量を制御する。

【0028】或いは、予めイオン交換塔2の出口水のDO量の基準値を定めておき、測定値がこの基準値を超える場合には、UV酸化装置1のUV照射量を減らし、測定値がこの基準値より低い場合にはUV酸化装置1のUV照射量を増す。

【0029】また、図1（b）では、DO計5から入力されたUV酸化装置1の入口水のDO量の測定値（以下「DO<sub>1</sub>」）とDO計4から入力されたイオン交換塔2の出口水のDO量の測定値（以下「DO<sub>2</sub>」）とを比較し、DO<sub>2</sub>がDO<sub>1</sub>よりも大きくなるまでUV照射量を増やし、DO<sub>2</sub>>DO<sub>1</sub>となる直前のUV照射量となるようにUV酸化装置1のUV照射を制御する。

【0030】或いは、予めイオン交換塔2の出口水のDO量とUV酸化装置1の入口水のDO量との差の基準値を定めておき、 $DO_2 - DO_1$ がこの基準値を超える場合には、UV酸化装置1のUV照射量を減らし、測定値がこの基準値より低い場合にはUV酸化装置1のUV照射量を増す。

【0031】また、図1(c)では、TOC計6から入力されたUV酸化装置1の入口水のTOC濃度から、このTOC量の酸化分解に必要なUV照射量を演算し、この演算されたUV照射量となるようにUV酸化装置1のUV照射量を制御する。

【0032】或いは、予めUV酸化装置1の入口水のTOC濃度に対するUV照射量を定めておき、測定値に応じてこの設定値となるようにUV酸化装置1のUV照射量を増減する。

【0033】本発明におけるUV酸化装置のUV照射量の制御方法としては、例えば、次のような方法が挙げられる。

【0034】(1) 制御器としてUVランプ点灯数制御器を用い、UVランプの点灯数を望ましいUV照射量に応じて制御する。例えば、1シリンダー当り、任意の複数(例えば10本)のUVランプを設置したシリンダーを複数個備えたUV酸化装置であれば、点灯するシリンダー数を制御する。

【0035】(2) 制御器としてUVランプ電流制御器を用い、UVランプの電流値を望ましいUV照射量に応じて制御する。例えば、特定のいくつかのシリンダー或いはすべてのシリンダーについて電流値を制御する。

【0036】(3) 制御器としてUVランプ点灯数制御器とUVランプ電流制御器とを用い、上記(1)と

(2)とを組み合わせ望ましいUV照射量に応じて制御する。例えば、あるシリンダーについては定常電流値で点灯又は消灯し、他のシリンダーは電流値を増減する。

【0037】このような本発明の超純水製造装置は、超純水製造システムの一次純水製造工程、二次純水製造工程のいずれにも適用可能であるが、特に、二次純水製造工程への適用に好適であり、従来の最大TOC設定濃度対応UV照射による最終処理水の超純水のDO増加を抑制し、高純度の超純水を安定に製造することが可能となる。

【0038】

【実施例】以下に実施例及び比較例を挙げて本発明をより具体的に説明する。

【0039】説明の便宜上、まず、比較例を挙げる。

【0040】比較例1

下記仕様のUV酸化装置及びイオン交換塔を備え、 $80 \text{ m}^3/\text{Hr}$ の流量で超純水の製造を行っている超純水製造装置において、UV酸化装置入口水のDO及びTOC濃度とイオン交換塔出口水のDO及びTOC濃度は表1に示す通りであり、UV酸化装置入口水のTOCが5 p

p bのときには、イオン交換塔出口水のDOの大きな増加はないものの、UV酸化装置入口水のTOCが2 p p bと低いときには、イオン交換塔出口水のTOCもそれに応じて低くなる反面、DOは5 p p bと4倍以上に増加していた。

【0041】UV酸化装置

消費電力6.26 kWの低圧紫外線酸化装置(ランプ本数68本)。日本フオトサイエンス社製; 4台

イオン交換塔

カチオン交換樹脂:アニオン交換樹脂=1:1.6(体積比)の混床式イオン交換塔

【0042】

【表1】

UV酸化装置入口水		イオン交換塔出口水
高TOC水	DO = 1.2 ppb	DO = 1.5 ppb
	TOC = 5 ppb	TOC = 2 ppb
低TOC水	DO = 1.2 ppb	DO = 5 ppb
	TOC = 2 ppb	TOC < 0.5 ppb

【0043】実施例1

比較例1において、イオン交換塔出口水のDOを測定するDO計と、この測定値に基づいてUV酸化装置のUV照射量を制御する制御器とを設け、イオン交換塔出口水のDOが4.5 p p bを超える場合にはUV酸化装置のUVランプの点灯数を半分にしてUV照射量を0.15 kW/ $\text{m}^3$ -水にしたこと(イオン交換塔出口水のDOが4.5 p p b以下のときはUV照射量0.3 kW/ $\text{m}^3$ -水)以外は同様にして運転を行ったところ、表2に示す通り、低TOC水が流入する場合でも、DOの大きな増加は認められなかった。

【0044】

【表2】

UV酸化装置入口水		イオン交換塔出口水
高TOC水	DO = 1.2 ppb	DO = 1.5 ppb
	TOC = 5 ppb	TOC = 2 ppb
低TOC水	DO = 1.2 ppb	DO = 2.5 ppb
	TOC = 2 ppb	TOC = 0.7 ppb

【0045】実施例2

比較例1において、UV酸化装置入口水及びイオン交換塔出口水のDOを測定するDO計と、この測定値に基づいてUV酸化装置のUV照射量を制御する制御器とを設け、UV酸化装置入口水のDOよりもイオン交換塔出口水のDOが2.0 p p b以上増加した場合にはUV酸化

装置のUVランプの点灯数を半分にしてUV照射量を0.15kW/m<sup>3</sup>-水にしたこと（イオン交換塔出口水のDO-UV酸化装置入口水のDO≤2.0ppbのときはUV照射量0.3kW/m<sup>3</sup>-水）以外は同様にして運転を行ったところ、表3に示す通り、低TOC水が流入する場合でも、DOの大きな増加は認められなかった。

【0046】

【表3】

UV酸化装置入口水		イオン交換塔出口水
高TOC水	DO = 1.2ppb	DO = 1.5ppb
	TOC = 5ppb	TOC = 2ppb
低TOC水	DO = 1.2ppb	DO = 2.5ppb
	TOC = 2ppb	TOC = 0.7ppb

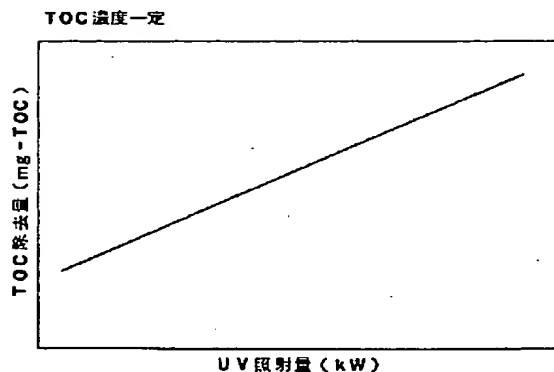
## 【0047】実施例3

比較例1において、UV酸化装置入口水のTOC濃度を測定するTOC計と、この測定値に基づいてUV酸化装置のUV照射量を制御する制御器とを設け、UV酸化装置入口水のTOCが3ppb以下の場合にはUV酸化装置のUVランプの点灯数を半分にしてUV照射量を0.15kW/m<sup>3</sup>-水にしたこと（UV酸化装置入口水のTOCが3ppbを超えるときはUV照射量0.3kW/m<sup>3</sup>-水）以外は同様にして運転を行ったところ、表4に示す通り、低TOC水が流入する場合でも、DOの大きな増加は認められなかった。

【0048】

【表4】

【図2】



UV酸化装置入口水		イオン交換塔出口水
高TOC水	DO = 1.2ppb	DO = 1.5ppb
	TOC = 5ppb	TOC = 2ppb
低TOC水	DO = 1.2ppb	DO = 2.5ppb
	TOC = 2ppb	TOC = 0.7ppb

## 10 【0049】

【発明の効果】以上詳述した通り、本発明の超純水製造装置によれば、流入水のTOC濃度の変動に応じて適正量のUV照射を行えるため、UVの過少照射によるTOCの残留、或いは、UVの過剰照射によるDOの増加を防止して、低TOC、低DOで高純度の超純水を安定かつ効率的に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の超純水製造装置の実施の形態を示す系統図である。

20 【図2】UV照射量とTOC除去量との関係を示すグラフである。

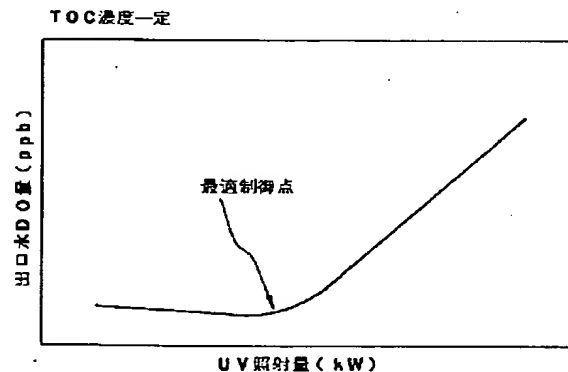
【図3】UV照射量とイオン交換塔出口水DO量との関係を示すグラフである。

【図4】TOC濃度とTOC量との関係を示すグラフである。

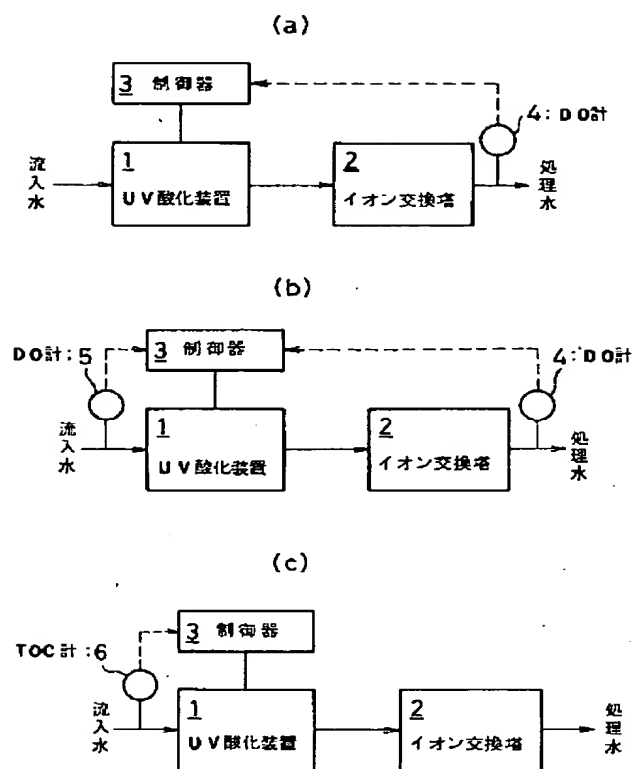
【符号の説明】

- 1 UV酸化装置
- 2 イオン交換塔
- 3 制御器
- 4, 5 DO計
- 30 6 TOC計

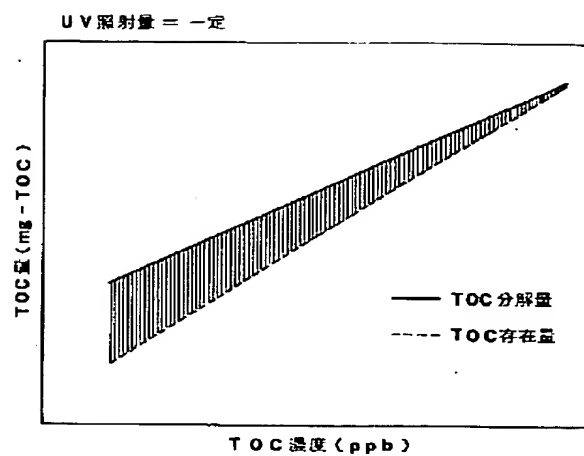
【図3】



【図 1】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 伊藤 正義  
東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号 栗田  
工業株式会社内